

TARTU ÜLIKOOL  
Loodus- ja tehnoloogiateaduskond  
Füüsika Instituut

---

**Erinevatel ioonsetel polümeeridel põhinevate  
täiturite mõõtmismetoodika väljatöötamine  
testkogumi põhjal**

---

MAGISTRITÖÖ

*Autor:*

Pille RINNE

*Juhendajad:*

Janno TOROP

Prof. Alvo AABLOO

Tartu 2012

# Sisukord

<b>1</b>	<b>Sissejuhatus</b>	<b>3</b>
1.1	Töös kasutatud lühendid . . . . .	4
<b>2</b>	<b>Kirjanduse ülevaade</b>	<b>5</b>
2.1	Elektroaktiivsed polümeerid (EAP) . . . . .	5
2.1.1	Pd-Ptioonpolümeer-metall komposiit (IPMC) . . . . .	6
2.1.2	Süsinik-ioonvedelik-polümeer komposiit (CDCPC) . . . . .	6
2.1.3	Kullaga kaetud süsinik-ioonvedelik-Nafion komposiit . . . . .	7
2.1.4	Juhtivad polümeerid (PPy) . . . . .	8
2.1.5	IPN-PEDOT-EMITFSI komposiit . . . . .	8
2.2	Tingimused kosmoses: nende mõju materjalidele . . . . .	9
<b>3</b>	<b>Eksperimendid</b>	<b>11</b>
3.1	Liigutuse ja jõu mõõtmine . . . . .	12
3.2	Kosmoserakenduste seisukohalt olulistes tingimustes töökindluse testimine . . . . .	17
3.2.1	Vaakumkatse . . . . .	17
3.2.2	Temperatuurikatse . . . . .	17
3.2.3	UV-katse . . . . .	18
3.2.4	Röntgenkatse . . . . .	18
<b>4</b>	<b>Tulemused, analüüs ja järeldused</b>	<b>19</b>
4.1	Süsinik-ioonvedelik-polümeer komposiit (CDCPC) . . . . .	19
4.2	Kullaga kaetud süsinik-ioonvedelik-Nafion komposiit . . . . .	21
4.3	Pd-Ptioonpolümeer-metall komposiit (IPMC) . . . . .	21
4.4	PPy 1 . . . . .	24
4.5	PPy 2 . . . . .	24
4.6	IPN-PEDOT-EMITFSI komposiit . . . . .	24
<b>5</b>	<b>Kokkuvõte</b>	<b>28</b>
<b>6</b>	<b>Kasutatud kirjandus</b>	<b>29</b>
<b>7</b>	<b>Radiation and temperature induced damage of ionic electroactive polymer materials: testset characterisation and procedure development</b>	<b>32</b>

# 1. Sissejuhatus

Arukateks nimetatakse materjale, mis on välise stimulatsiooni mõjul võimelised oma omadusi pöördvalt muutma (ingl k *smart materials*). Heaks näiteks on elektromehaaniliselt aktiivsed polümeerid (EAP), mis elektrivälja toimele kas painduvad või pikenevad/lühenevad. Selline käitumine sarnaneb bioloogiliste lihastega, kus samuti elektriimpulss muudetakse mehaaniliseks tööks. On arusaadav, miks elektromehaaniliselt aktiivseid polümeere tihti ka kunstlihasteks nimetatakse. EAP täiturite võimalikeks kasutusvaladeks on näiteks robootika, kosmosetehnoloogia ja bioloogiast inspireeritud seadmed. Enne uudsete materjalide laiemat kasutuselevõttu mõnes rakenduses, on vaja kindlaks teha nende omadused ning testida töökindlust. Käesoleva töö eesmärgiks on uurida erinevate ioonset elektroaktiivsete polümeeride töökindlust kosmoserakenduste seisukohalt olulistes tingimustes.

Selle magistritöö raames testitakse erinevate ioonset elektroaktiivsete polümeersete materjalide liigutus- ja jõuomadusi ning kiirguse ja temperatuuri mõju neile. Töös kirjeldatud tehislihased kuuluvad projekti "*Radiation and temperature induced damage of ionic electroactive polymer materials for MEMS devices in space (EAP4SPACE)*" testkogumisse (*testset*). Tartu Ülikooli Arukate materjalide ja seadmete laboris sünteesitud täituritega samalaadseid katseid varem tehtud pole ning projekti on kaasatud ka teiste uurimisgruppide aktuaatoreid, seega on vaja eelnevalt väiksema testkogumi abil kõigile lihastüüpidele sobiva mõõtmismetoodika väljatöötamine ja võimalike mõõtmiste käigus esineda võivate väljakutsete kindlaks tegemine.

Testkogumi ja magistritöö eesmärgid:

- erinevate ioonjuhtivate täiturite eripäradest ülevaate tegemine;
- testkogumisse kuuluvate lihaste kiiruse, liigutus- ja jõuomaduste mõõtmine;
- võimalike täiturite liigutuse ja jõuomaduste mõõtmisega seotud väljakutsete tuvastamine ja lahenduste leidmine;
- töökindluse testimiseks vajalike seadmetega tutvumine ja nendega tehtavate katsete võimalike mõjude väljaselgitamine.

Magistritöö sisu on jagatud kolme ossa: kirjaduse ülevaade, eksperimentide kirjeldus ning tulemused ja analüüs. Esimeses osas antakse ülevaade testkogumis olevatest lihastest. Edasi kirjeldatakse täiturite liigutuse ja jõu mõõtmist ning töökindluse katseid. Kolmandas osas antakse ülevaade ja analüüsitakse testkogumiga tehtud katsete tulemusi.

## 1.1 Töös kasutatud lühendid

**EAP** elektroaktiivne (elektromehaaniliselt aktiivne) polümeer(materjal)

**IPMC** *ionic polymer-metal composite*, ioonpolümeer-metall komposiit

**CDCPC** *carbide derived carbon polymer composite*, karbiidse süsinikuga polümeerkomposiit

**IL (RTIL)** *(room temperature) ionic liquid*, ioonvedelik

**EMIBF<sub>4</sub>** 1-etüül-3-metüül-imidasooliumtetraflouroboraat

**EMITFSI** 1-etüül-3-metüül-imidasooliumbis(trifluorometüülsulfonüül)imiid

**IPN** *interpenetrating polymer network*, läbipõimunud polümeervõrestik

**PEDOT** polü(3,4-etüleendioksütiofeen)

**PTHF** polütetrahüdrofuraan

**PVdF(HFP)** polü-(vinülideendifluoriid-heksafluoropropüleen)

**PC** propüleenkarbonaat

**MP** 4-metüül-2-pentanoon

## 2. Kirjanduse ülevaade

### 2.1 Elektroaktiivsed polümeerid (EAP)

Mitmed polümeersed materjalid on võimelised elektrienergiat (või näiteks soojust ja valgust) mehaaniliseks tööks muutma. Selliseid materjale nimetatakse täituriteks (lisaks ka aktuaator, kunstlihas). Samas kuulub elektroaktiivsete polümeeride hulka ka mitmed sellised komposiitmaterjalide, kus polümeer on passiivses rollis (st teisi komponente siduva maatriksina) [1]. EAPd jagatakse tavaliselt kahte klassi: ioon- ja elektronjuhtivad (vt **tabel 2.1**). Esimeste korral põhjustab liigutuse ioonide ja/või solvendi elektriliselt indutseeritud transport materjali sees [2]. Seda tüüpi täiturite aktiveerimiseks on tüüpiliselt vaja madalat pinget (samas on materjali läbiv elektrivool suurem). Mitmete ioonsete EAPde puuduseks on nende lühike eluiga õhus aktiveerides, mistõttu neid tuleb kas kasutada või ainult hoiustada sobivas solvendis. Ioonvedelikuga täiturite korral seda probleemi pole. Elektronjuhtivaid EAPsid aktiveeritakse suure pingega (tüüpiliselt mõni kilovolt) ning neid kasutatakse õhus. Sobiva täituri valimisel tuleb arvestada vastava rakenduse nõudmistega, sest ükski EAP tüüp pole veel nii universaalne, et sobiks kõigeks [2].

EAP klass	EAP alaliik	Näited
Ioonjuhtivad EAPd	Polümeergeelid	PAAc PVA
	Ioonpolümeer-metall komposiidid (IPMC)	Nafion/Pt
	Juhtivad polümeerid	PPy
	Süsiniknanotorud	SWCNT CDC
Elektronjuhtivad EAPd	Piesoelektrilised polümeerid	PVDF
	Elektrostriktiivsed polümeerid	PVdF-TrFE, PVDF-HFP
	Vedelkristallilised polümeerid	Vedelkristallelastomeerid
	Dielektrilised elastomeerid	Silikoonist, akrüülist, polüüretaanist elastomeerid

**TABEL 2.1.** EAP täiturite jaotus ja näited [2].

### 2.1.1 Pd-Pt ionopolümeer-metall komposiit (IPMC)

Ionopolümeer-metall komposiit (*ionic polymer metal composite*, (IPMC)) on materjal, mis muudab sellele rakendatud elektrienergia mehaaniliseks tööks või vastupidi. Seega on IPMCsid võimalik kasutada nii täiturite kui ka sensoritena. IPMC koosneb tüüpiliselt ionopolümeerist (näiteks Nafion või Flemion) ja seda mõlemalt poolt katvatest väärismetallist elektrodidest [3]. Pinge rakendamisel komposiitmaterjal paindub. IPMCsid iseloomustab suur liigutus juba madalatel pingetel. Seda tüüpi täituriid töötavad paremini vees, aga on võimalik valmistada ka õhu käes liigutavaid lihaseid [4].

Selle projekti jaoks testitud IPMCd valmistati Viljar Palmre poolt Nevada ülikoolis Ameerika Ühendriikides. Neis on ionopolümeerina kasutatud Nafioni ning elektrodideks platinat ja pallaadiumi [5]. Bimetalliliste elektrodidega täituriid on paremad jõumadused ja need on mehaaniliselt stabiilsemad, aga samas aeglasemad, kui ainult platinat sisaldavad lihased. Samas oleneb seda tüüpi kunstlihaste kiirus väga palju komposiitmaterjali paksusest [5]. Põhiliseks ainult platinast elektrodidega täituri probleemiks on selle pragunemine ja väärismetallist saarekete moodustumine, mis omakorda suurendab elektroodi takistust ning halvendab täituri liikumisomadusi [6]. Pallaadiumkiht ionopolümeeri ja platinat vahel vähendab elektroodi pragunemist ja parandab täituri omadusi. Kasutatud IPMCde ehitust ja tööpõhimõtet on kirjeldatud **joonisel 2.1**.

IPMCsid on võimalik valmistada mitmel viisil. Sünteesi aluseks on ionopolümeer, mida töödeldakse kõigepealt keemiliselt mõne metalli soolalahusega ning seejärel redutseeritakse ionopolümeer-metall komposiidi saamiseks [3]. Testkogumis oleva Pt-Pd IPMC süntees on veidi keerulisem, sest materjali elektrod on kahekihiline. Kõigepealt karestatakse Nafionist membraani, et metallelektroodi paremini polümeeri külge siduda. Seejärel immutatakse puhastatud membraani pallaadiumi kõigepealt soolalahuses (( $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ning seejärel redutseeritakse polümeeri pinnale pallaadiumi saamiseks naatriumboorhüdriidiga. Pallaadiumi peale platinakihi sünteesimiseks immutatakse puhastatud membraani järgmiseks platinat soolalahuses (( $\text{Pt}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ning redutseeritakse seejärel nõrkade redutseerijatega [5].

### 2.1.2 Süsinik-ionavedelik-polümeer komposiit (CDCPC)

Oma olemuselt on karbiidset päritolu süsinikust elektrodidega komposiitmaterjal esiteks painduvat tüüpi täitur ja teiseks kondensaator, mida võib kasutada märkimisväärse hulga laengu salvestamiseks [8]. Seda tüüpi aktuaatorid sarnanevad ehituselt kõige rohkem **tabelis 2.1** toodud IPMCde ja süsiniknanotorudel põhinevate kunstlihastega. Kuna täiturite valmistamiseks ei kasutata ionopolümeeri, pole aga tegemist päris IPMCga [7]. Kui IPMCdes on ionide allikaks ionopolümeerist membraan, siis CDCPCs on selleks passiivsele PVdF(HFP) membraanile lisatud ionavedelik (EMIBF<sub>4</sub>). Täiturite ehitust ja tööpõhimõtet on kujutatud **joonisel 2.1**.

Karbiidset päritolu süsinikust kunstlihaste valmistamist on oma bakalaureusetöös kirjeldanud Fr. Kaasik [7]. Seda tüüpi täiturite jaoks valmistatakse eraldi kaks juhtivat süsinikelektroodi ning neid eraldav polümeermembraan, mis kõik sisaldavad elektrolüüdina ioonvedelikku EMIBF<sub>4</sub>. Nii elektroodides kui ka membraanis kasutatakse sideainena polümeeri PVdF(HFP). Kristallilises olekus kuulub nimetatud polümeer elektronjuhtivate EAPde klassi, kuid antud rakenduses kasutatakse seda poorse membraanina, millel on täituri komponente siduv ülesanne [9]. Elektroodimaterjalina kasutatud karbiidset päritolu süsinik on amorfne, mis erineb aga teistest poorsetest amorfsetest süsinikest täpselt määratletud struktuuri ja mikropooride kitsa jaotuse poolest [8]. Võrreldes näiteks metallelektroodidega, on CDC juhtivus madal, mis mõjutab negatiivselt ka aktuaatori liigutust ning kiirust. Elektroodide juhtivuse parandamiseks on seda tüüpi täitureid modifitseeritud näiteks kullaga [10]. Käesolevas magistritöös testiti ilma kullata CDCPC täitureid.

### 2.1.3 Kullaga kaetud süsinik-ioonvedelik-Nafion komposiit

Kullaga kaetud süsinik-ioonvedelik-Nafion kunstlihased sarnanevad paljuski IPMCdega. Käesolevas töös kasutatud testlihased on valmistatud vastavalt V. Palmre magistritööle [11] Tartu Ülikooli Arukate materjalide ja süsteemide laboris. Aktuaatorid on valmistatud otsesel koostemeetodil, mis võimaldab vahetut kontrolli valmiva elektroodi paksuse üle. Erinevalt veebaasil töötavatest kunstlihastest, mille peamiseks puuduseks on nende stabiilsus ajas, on palju atraktiivsemaks solvendiks kujunenud just ioonvedelikud [11]. V. Palmre magistritöös on otsesel koostemeetodil valmistatud neljast erinevast materjalist elektroodidega IPMC aktuaatoreid, millest süsinikelektroodidega lihased näitasid head liigutusvõimet. Sama tüüpi täiturid kuulusid ka testkogumisse, mida selle magistritöö raames testiti.

Aktuaatori valmistamine esimeses etapis karestatakse Nafionist membraane. Kui lihvimisjäljed on paralleelselt tulevase aktuaatori lühema küljega, vähendab see aktuaatori liikumisele tekkivat mehaanilist takistust [11]. Pärast karestatud membraani puhastamist deioniseeritud vee ja HCl lahusega viiakse läbi ioonvahetuse protsess. Ionomeeri viimine H<sup>+</sup>-vormist Li<sup>+</sup>-vormi aitab vältida membraani söestumist järgneva kõrgel temperatuuril ja pika kuivatustsükli käigus [11]. Pärast kuivatamist viiakse membraani ioonvedelik. Elektroodide jaoks valmistatakse süsiniku (1,81%), 5% Nafioni (48,19%) ja isopropanooli (50%) lahus. Seda homogeniseeritakse ultrahelivannis ning kantakse seejärel aerograafiga membraanile. Membraani mõlemale küljele tuleb kanda vähemalt 8 kuni 10 kihti süsiniku ja Nafioni suspensiooni isopropanoolis ning lasta igal kihil vahepeal kuivada. Lõpuks kuumpressitakse juhtivuse parandamiseks süsinikelektroodide peale õhuke kullakiht [11]. Otsesel koostemeetodil valmistatud ioonvedelikul põhinevat aktuaatorit ehitust ja tööpõhimõtet on kirjeldatud **joonisel 2.1**.

## 2.1.4 Juhtivad polümeerid (PPy)

Üheks suureks EAPde alaliigiks on juhtivad polümeerid. Teiste aktuaatoritega võrreldes on neile omane suur liigutus. Välja on töötatud nii lineaarseid kui ka painduvaid juhtivatel polümeeridel põhinevaid täitureid. Viimased neist valmistatakse laminaadi kujul, kus juhtivast polümeerist elektrodid on sünteesitud passiivse painduva substraadi/membraani peale [2]. Kõige paremate liigutusomadustega ning samuti kõige rohkem uuritud siin klassis on polüpürroolil (PPy) põhinevad täitured. Tuntud juhtivate polümeeride hulka kuuluvad veel ka polüaniliin ja polütiofeen [2].

Polüpürroolil põhinevad täitured on üldiselt kolmekihilised: välised aktiivsed kihid (PPy elektrodid) ning sisemine passiivne poorne separaator (tüüpiliselt müügil olev PVDF membraan Millipore), mis on ühtlasi ka elektrolüüdi allikaks [12]. Kui näiteks PEDOTiga täiturites on passiivse polümeeri rolliks materjali mehaaniliste omaduste (jäikuse) parandamine, siis polüpürrooli puhul on vastupidi: PVDFi roll on täituri elastusomaduste parandamine, sest PPy on juba niigi jäik [14]. Teatud sünteesimeetodeid kasutades on elektrodide valmistamiseks vaja juhtivat membraani. Selleks kaetakse PVDFist separaator kõigepealt õhukese kullakihi ja alles siis sünteesitakse sinna peale polüpürroolist elektrodid [13]. Samas on välja töötatud ka meetodeid elektrodide sünteesiks otse membraanile [14].

Testkogumisse kuulus kahte tüüpi polüpürroolist täitureid (vt **joonisel 2.1**). Ühed neist sünteesitud TÜ IMS laboris ning teised Austraalia Wollongongi ülikoolis. Mõlemal juhul oli kasutatud elektrolüüdiks LiTFSI. Seetõttu tuli täitureid hoiustada LiTFSI/propüleenkarbonaadi lahuses. Seda tüüpi lihaseid on siiski võimalik piisavalt kaua ka õhu käes kasutada. Solvendi aurustumine küll mõjutab täituri liigutust, kuid see taastub pärast sobivas keskkonnas (LiTFSI/PC lahus) seismist [13].

## 2.1.5 IPN-PEDOT-EMITFSI komposiit

Läbipõimunud polümeervõrestik (IPN - *interpenetrating polymer network*) on kombinatsioon vähemalt kahest koos sünteesitud võrestikpolümeerist, mis on omavahel seetõttu püsivalt seotud [15]. Praeguseks osatakse seda tüüpi materjale sünteesida just soovitud omadustega. Juhtiva polümeeri lisamisel võrestikule, muutub see juhtivaks [16]. Komposiitmaterjalile veel ioonvedeliku või soolalahuse lisamine, võimaldab seda kasutada täiturina. Kuigi seda tüüpi täiturites võiks elektrolüüdina kasutada ka soolalahuseid (nt LiClO<sub>4</sub>/PC (25%) [17]), oleks siis probleemiks solvendi aurustumine, mis lühendaks oluliselt lihase eluiga. Parim viis täituri kuivamise vältimiseks on ioonvedeliku (nt EMITFSI) kasutamine [18]. Käesoleva magistritöö raames testiti ioonvedelikku sisaldavaid lihaseid, mis on sünteesitud Cergy-Pontoise'i ülikoolis Prantsusmaal. Need koosnevad läbipõimunud polümeervõrestikust (IPN), juhtivast polümeerist ja elektrolüüdist.



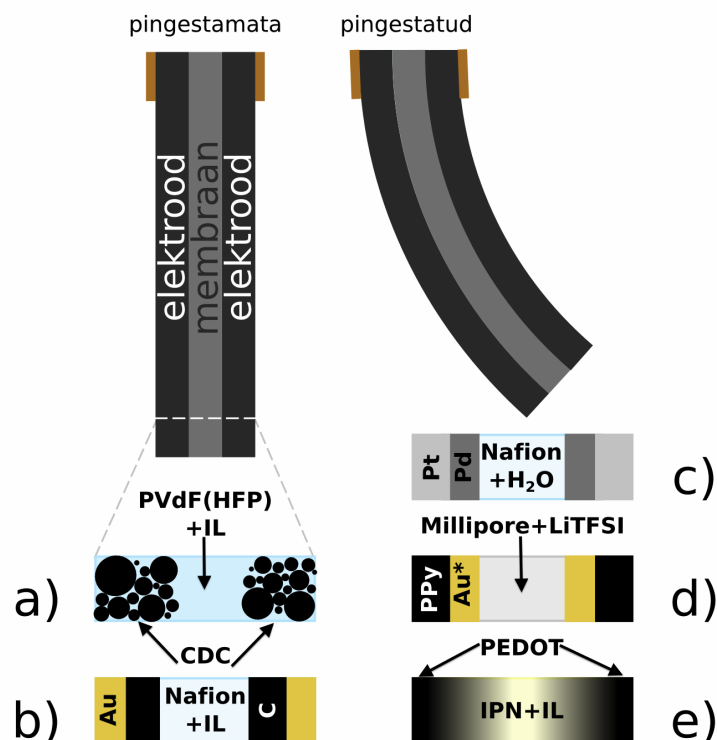
Seda tüüpi aktuaatori süntees jaguneb kolme etappi: IPNi süntees (maatriksi), EDOTi polümeriseerimine (juhtivast polümeerist elektrodide valmistamine), EMITFSIga immutamine (elektrolüüdi lisamine) [18], [17], [16]. IPN koosneb tüüpiliselt kahes polümeerist: polüetüleenoksiid (PEO) ja näiteks polübutadieen (PB). Viimast neist kasutatakse komposiitmaterjali mehaaniliste omaduste parandamiseks. See hoiab ära täituri pragunemise paindumise ajal [18]. IPNi mehaaniliste omaduste parandajana on sama uurimisgrupp kasutanud ka nitrilbutadieenkummi [19] ja polütetrahüdrofuraani (PTHF) [20]. Täituri elektrodid on tehtud juhtivast polümeerist (tüüpiliselt PEDOT). Kunstlihase sünteesimise viimases etapis immutatakse materjaliioonvedelikuga. Aktuaatorite valmistamiseks kasutatava 80/20 PEO/PB läbipõimunud polümeervõrgustiku korral on ioonvedeliku sisaldus pärast immutamist umbes 140% [18]. Ligikaudu sama on ioonvedeliku sisaldus ka 50/50 PEO/PTHF polümeervõrestiku korral [20].

PEDOT on juhtiv polümeer, mis on saanud palju tähelepanu tänu oma kõrgele stabiilsusele dopeeritud olekus ning dopeerimisprotsessi pöörduvusele [17]. Samas ei lahustu see enamikus solventidest ning seega ei ole võimalik kasutada tavalisi polümeeride töötlemise võtteid. Üheks võimaluseks ongi integreerida seda isoleeriva polümeeri maatriksisse ja luua nõ IPN superstruktuur [18]. Erinevalt levinud selgelt kolmekihilistest (näiteks kuupressitud) täituritest, on siin juhtivast polümeerist elektrodid valmistatud vastava monomeeri polümeriseerimisel IPN-maatriksi sisse [18]. PEDOTi kontsentratsioon väheneb pinnalt täituri sisse järk-järgult ning kihid pole üksteisest selgelt eristatavad. Integreeritud elektrodid aitavad ära hoida ühte kolmekihiliste täiturite probleemidest – delamineerumist [18]. Sel meetodil elektroode sünteesides on oluline leida õige polümerisatsiooni aeg. Polümeriseerides kauem, tõuseb ka PEDOTi kontsentratsioon maatriksi sisemuses. Kui polümerisatsioon kestab üle 22 tunni, ei ole enam tegemist aktuaatoriga. Samas polümerisatsioon alla 16 tunni ei ole piisav juhtivate elektrodide ja seega ka aktuaatori sünteesiks [16]. Täituri ehitust on kujutatud **joonisel 2.1**.

## 2.2 Tingimused kosmoses: nende mõju materjalidele

Tänu sobivatele omadustele kasutatakse erinevaid polümeere kosmosetööstuses laialdaselt. Sealsetes rasketes tingimustes on materjalid vastamisi mitmete selliste destruktiivsete faktoritega, mis Maa peal puuduvad [22]. Vajalik on materjalide töökindlus ja vastupidavus. Kuigi näiteks heade jõuomadustega piesoelektrikke ja elektrostriktiivseid polümeere on juba kosmoserakendustes kasutatud, on neil ka mitmeid miinuseid (väike liigutus ja haprus). Lisaks on kosmosetööstus heaks võimaluseks uute tehnoloogiate väljatöötamisel, sest erinevalt masstootmises kaubanduslikest rakendustest on seal partiid väiksemad ning ei ole vaja muretseda paljudes uutes potentsiaalsetes klientides huvi tekitamise ja uue tehnoloogia puhul tüüpiliselt kõrge tükihinna pärast [21].

Materjalide töökindlust kosmoses mõjutavad näiteks järgmised sealsele keskkonnale omased komponendid: vaakum, atomaarne hapnik, UV- ja röntgenkiirgus ning näiteks ka kosmosepraht [23].



**JOONIS 2.1.** Tüüpiline kolmekihiline ioonjuhtiv EAP aktuaator pingestamata ja pingestatud olekus. Joonise osadel a) kuni e) on kujutatud erinevate testkogumi täiturite läbilõiget pingestamata olekus: **a)** CDCPC; **b)** Au-süsinik-ioonvedelik-Nafion komposiit; **c)** Pd-Pt IPMC; **d)** polüpürrooliselektroodidega täitur (on võimalik sünteesida ilma kullakihtita); **e)** IPN-PEDOT-EMITFSI. Joonise eesmärgiks on kujutada lihtsustatult täiturite ehitust ja kihtide paiknemist (täiturite ja kihtide paksused ei vasta tegelikkusele).

Lisaks katsetele kosmoses, simuleeritakse eelmainitud keskkondi materjalide testimiseks ka Maa peal [24]. ISO standard 15856:2010 käsitleb mitte-metalliliste materjalide (klaasid, keraamika, polümeer-metall komposiidid, laminaadid) testimist simuleeritud kosmose tingimustes. Standardiga ei reguleerita nende materjalide valmistamist ja omaduste mõõtmist, kiirgusallikate omaduste mõõtmist ega vaakumsüsteemi ehitust. Need on jäetud standardi rakendaja otsustada. Arvesse tuleks aga võtta tehnika taset ja konkreetse kosmosesüsteemi nõudmisi [25].

Maa peal ei ole võimalik üks ühele reprodutseerida kosmoses olevaid tingimused. Selleks on sealne keskkond ja selle mõjud materjalidele liiga keerulised. Maapealsete testide tulemuste usaldusväärsus sõltub sellest, kas simuleerimiseks on valitud vastava rakenduse jaoks olulised ja õiged kriitilised tingimused. Simulatsiooni peamine eesmärk on saada teavet materjalide omaduste muutumise kohta kosmoses ning kasutada selleks testlaborites kättesaadavaid kiirgusallikaid ja meetodeid [25]. EAP4SPACE projekti jaoks, mille testkogumisse kuuluvate materjalide omaduste muutumise uurimine on selle magistritöö eesmärgiks, valiti järgmised töökindluse katsed: vaakum, külmutamine (tsükleerimisega), UV- ja röntgenkiirgus. Sarnaseid katseid materjalide ja komponentide vastupidavuse uurimiseks kosmost simuleerivates tingimustes kasutatakse ka Euroopa Kosmoseagentuuri laborites [26].

### 3. Eksperimendid

Käesoleva magistritöö eksperimentaalse osa võib jagada seitsmeks (vaakumkatse puhul viieks):

1. täituri nimetamine, kaalumine, paksuste mõõtmine;
2. lihaste sissetöötamine (2 x 8 tsüklit sagedusega 0,01 Hz);
3. esmane test erinevatel sagedustel (liigutus ja jõud);
4. vaakum, külmutamine, UV, röntgen;
5. teine test erinevatel sagedustel (liigutus ja jõud);
6. külmutamine, UV, röntgen;
7. kolmas test erinevatel sagedustel (liigutus ja jõud).

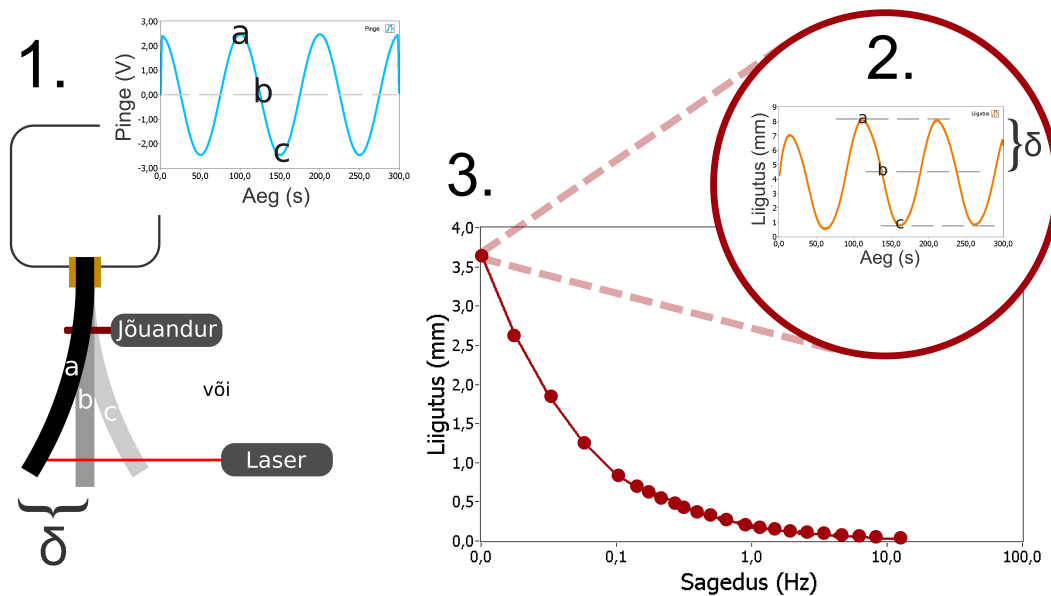
Katsetes kasutati täitureid mõõtmega 5 mm X 20 mm. Igale täiturile anti unikaalne nimi kujul: [hoiustamise stend rooma numbriga]-[veeru tähis]-[rea number] (nt I-F-1). Täituri paksust mõõdeti mikromeetriga viiest punktist mööda lihast ja arvutati keskmine. Lisaks kaaluti kõiki lihaseid analüütilisel kaalul Mettler Toledo AB 204-S/PH. Seejärel pandi iga täitur klaasviaali hoiustamiseks sobivasse keskkonda (õhk või sobiv lahus). Erinevate lihaste päritolu, keskmised paksused ja massid, hoiustamiseks sobiv keskkond ning kasutatud pingevahemik on toodud **tabelis 3.1**.

EAP liik	Päritolu	Paksus ( $\mu\text{m}$ )	Kaal (mg)	Pinge (V)	Hoiustamine
CDCPC	IMS (UT)	323	45	2,5 V	õhk
Au-süsinik-Nafion	IMS (UT)	328	48	2,5 V	õhk
Pd-Pt IPMC	Univ. of Nevada	560	113	2 V	Milli-Q
PPy 1	Univ. of Wollongong (Austraalia)	149	21	1 V	LiTFSI/PC
PPy 2	IMS (UT)	136	15	1 V	LiTFSI/PC
IPN-PEDOT-EMITFSI	Univ. of Cergy-Pontoise (Prantsusmaa)	197	30	2-3 V	õhk

**TABEL 3.1.** Testkogumi täituri päritolu, keskmised paksused, massid, sobiv pinge ja hoiustamise tingimused.

### 3.1 Liigutuse ja jõu mõõtmine

Ioonjuhtivate täiturite iseloomustamiseks mõõdeti nende liigutust ning jõumadusi erinevatel sagedustel. Seda on täpsemalt kirjeldatud joonisel 3.1. Liigutuseks vajalik pinge tekitati PCI-6036E digital-analoog muunduriga, mille maksimaalne väljundvool on 30 mA, mida on antud rakenduse jaoks liiga vähe. Seetõttu võimendati voolu HEKA HCB 20 võimendiga. Liigutuse mõõtmiseks kasutati laserkaugusmõõdjat Banner LG10A65PU ning jõu mõõtmiseks jõuandurit (isometric force transducer MLT0202 ADInstruments). Mõõtmisi juhiti Labview'ga arvuti abil.



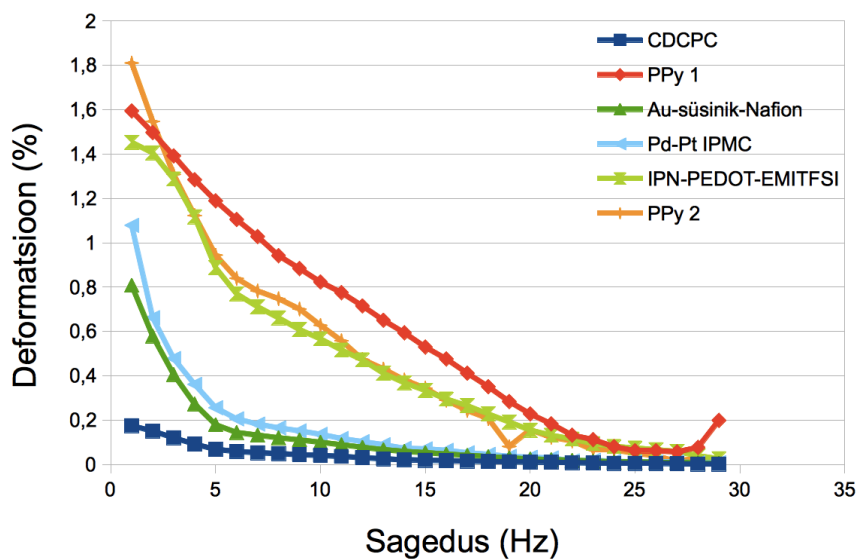
**JOONIS 3.1.** Täiturite liigutuse või jõu mõõtmine. Soovitud sagedusel ja sobivas vahemikus siinuspinge (1) põhjustab täituri paindumist (2), mida jälgitakse laserkaugusmõõdjaga (jõudu jõuanduriga). Maksimaalset kõrvalekallet ( $\delta$ ) tasakaaluasendist (b) igal sagedustel kujutatakse graafikul (3). Sageduse-jõud graafikul kujutab üks punkt analoogselt jõu maksimaalset väärtust nullpunkti suhtes. Punktid a, b ja c näitavad täituri asendit erinevatel ajahetkedel.

Painduvate täiturite liigutus oleneb mitmetest erinevatest teguritest (nt lihase paksus, pikkus, mõõtepunkti kaugus kontaktist). Selleks et erinevat tüüpi täituri oleksid omavahel võrreldavad, kasutatakse deformatsiooni mõistet (ingl k *strain*), mida arvutatakse järgmise valemiga [8]:

$$\varepsilon = \frac{2d\delta}{(L^2 + \delta^2)}, \quad (3.1)$$

kus  $L$  on liikuva osa pikkus (kui liigutust ei mõõdetata täituri otsast, siis mõõtepunkti kaugus kontaktidest),  $\delta$  mõõdetud kõrvalekalle (liigutus) tasakaaluasendist (vt **joonis 3.1**) ja  $d$  täituri paksus. Valem kehtib väikeste painete korral.

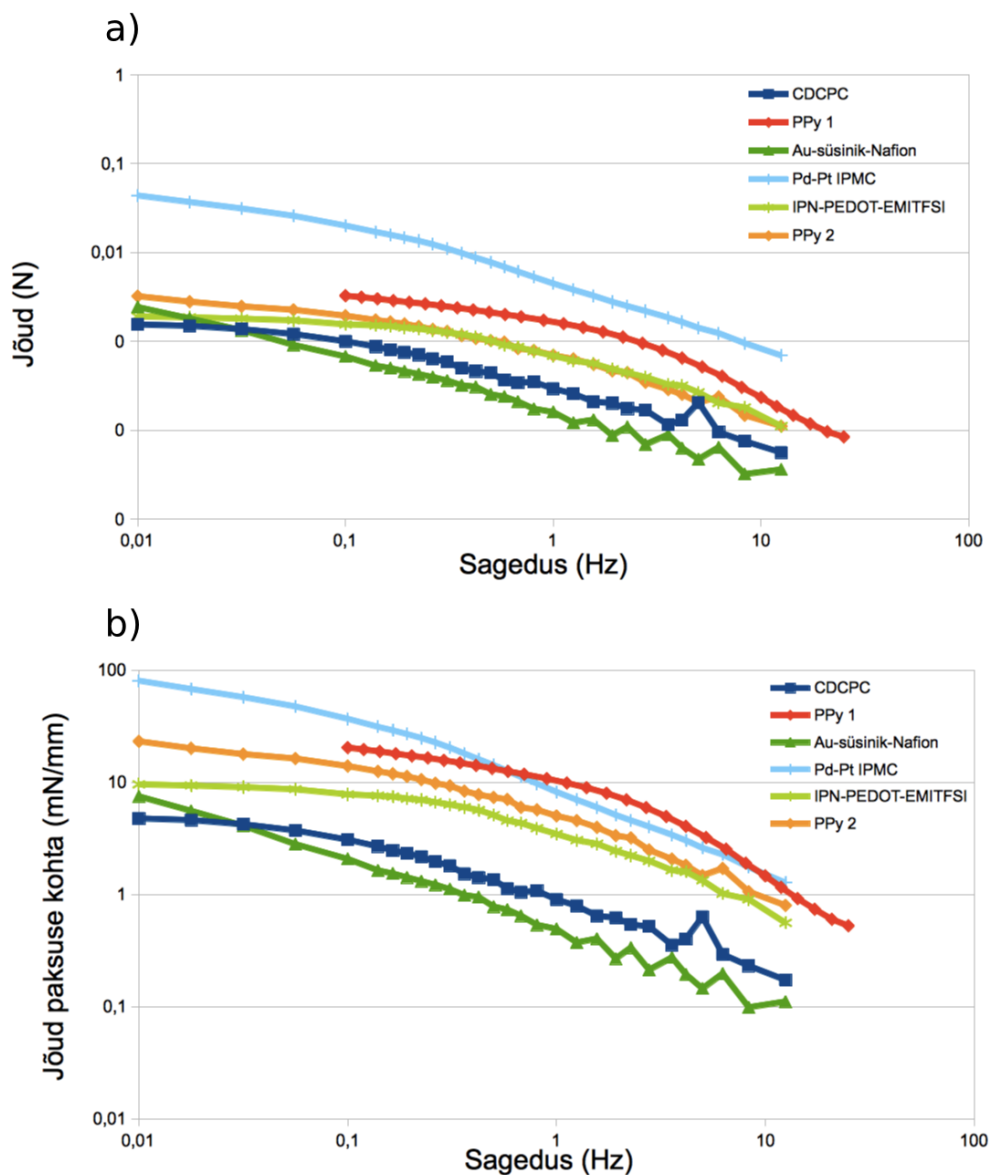
Ioonjuhtivate painduvate täiturite arvutatud deformatsioon ( $\epsilon$ ) ei ole nii informatiivne, kui on sarnane suurus lineaarsete elektronjuhtivate lihaste korral. Näiteks aktuaatori laiust ja pikkust olukorras, kus liigutust ei mõõdetata mitte täituri otsast, vaid kontaktidele lähemalt, ei võta see valem arvesse. Samuti ei arvesta valem täituri laiust. Testkogumisse kuuluvatest lihastest aeglasemaid ja väiksema liigutusega mõõdeti otsast (16 mm kauguselt) ja kiiremaid ning suurema liigutusega 5 mm kauguselt kontaktidest. Enamikul selle magistritöö joonistest on kujutatud sama tüüpi ja samalt kauguselt mõõdetud täiturite liigutust, seega on enamasti y-teljel kõrvalekallet tasakaaluasendist (liigutus millimeetrites). Kui võrreldud on erinevat tüüpi täitureid, on kasutatud liigutuse iseloomustamiseks arvutatud deformatsiooni ( $\epsilon$ ).



**JOONIS 3.2.** Erinevat tüüpi täiturite liigutuse võrdlus.

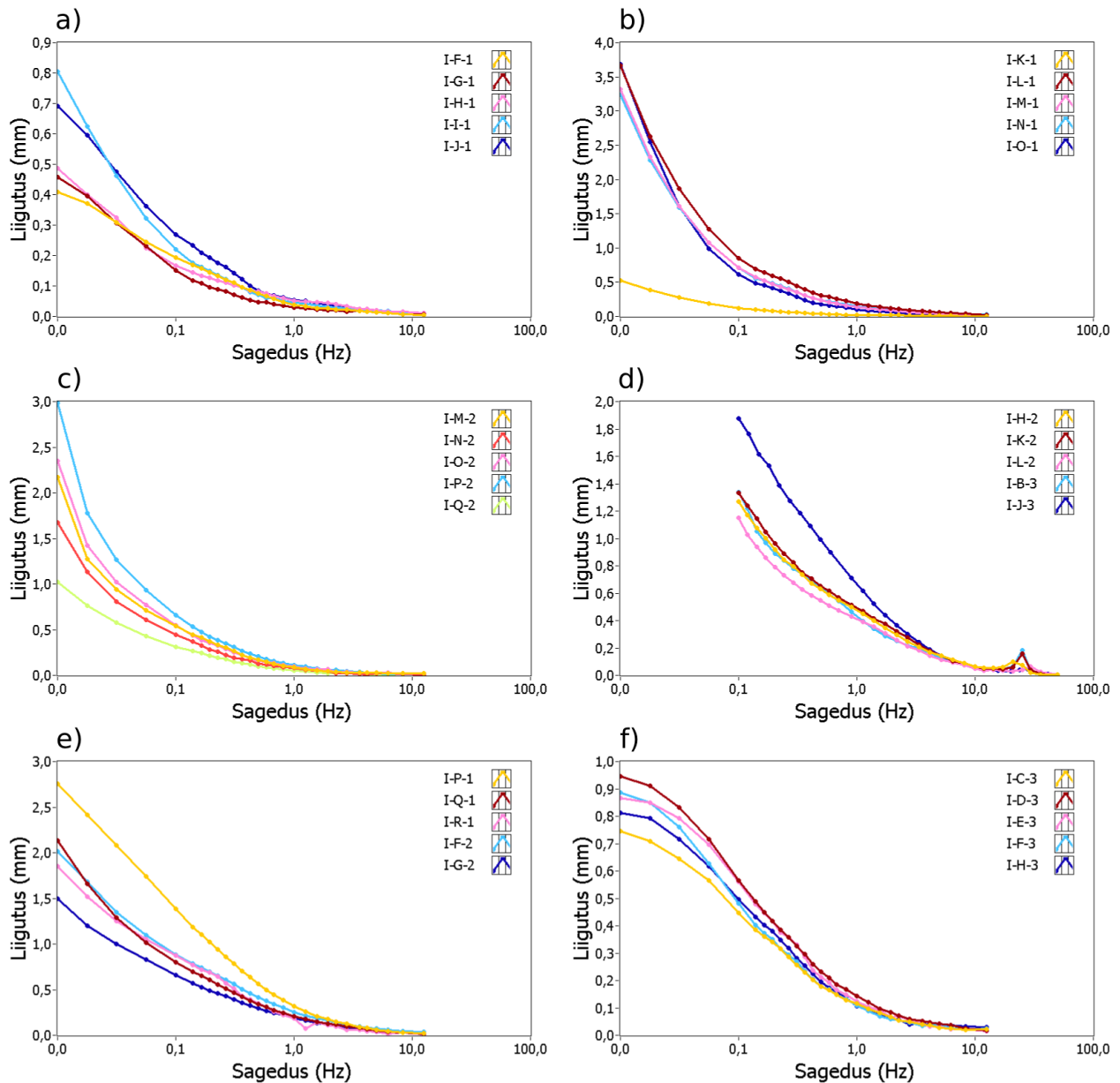
**Joonisel 3.2** on võrreldud täiturite liigutust erinevatel sagedustel. Nagu ka kirjanduse põhjal eeldada võiks, on kõige suurema deformatsiooniga juhtivast polümeerist elektrodidega lihased (PPy ja IPN-PEDOT-EMITFSI). Täiturite liigutust ning selle kiirust mõjutab ka materjali paksus. Kõige rohkem liigutavad ja kiiremad täiturid on teistest kaks kuni kolm korda väiksema paksusega. Madalamatel sagedustel (kuni 5 Hz) liigutavad hästi ka IPMCd. Kõrgematel sagedustel muutub nende liigutus kiiremate täituritega võrreldes minimaalseks.

**Joonisel 3.3 a)** on võrreldud erinevate täiturite jõumadusi. Teistest ligikaudu viis korda suuremat jõudu on andurile avaldanud Pd-Pt IPMC täiturid. Samas on kunstlihaste jõud enamasti seotud nende paksusega, ning Pd-Pt IPMCde puhul on tegemist testkogumi kõige paksemate täituritega. Seetõttu on **joonisel 3.3 b)** kujutatud kunstlihaste jõumadusi paksuse kohta. Kuigi bimetalliliste elektrodidega ioonpolümeer-metall komposiit on jätkuvalt teistest märgatavalt parem, ilmneb, et neist kolm kuni neli korda väiksema paksusega aga kiirete juhtivast polümeerist täiturite jõumadused on just suurematel sagedustel IPMCdega võrreldavad. Nagu ka **jooniselt 3.2** näha võib, väheneb ioonpolümeer-metall komposiidi liigutus sageduse kasvades järsult.



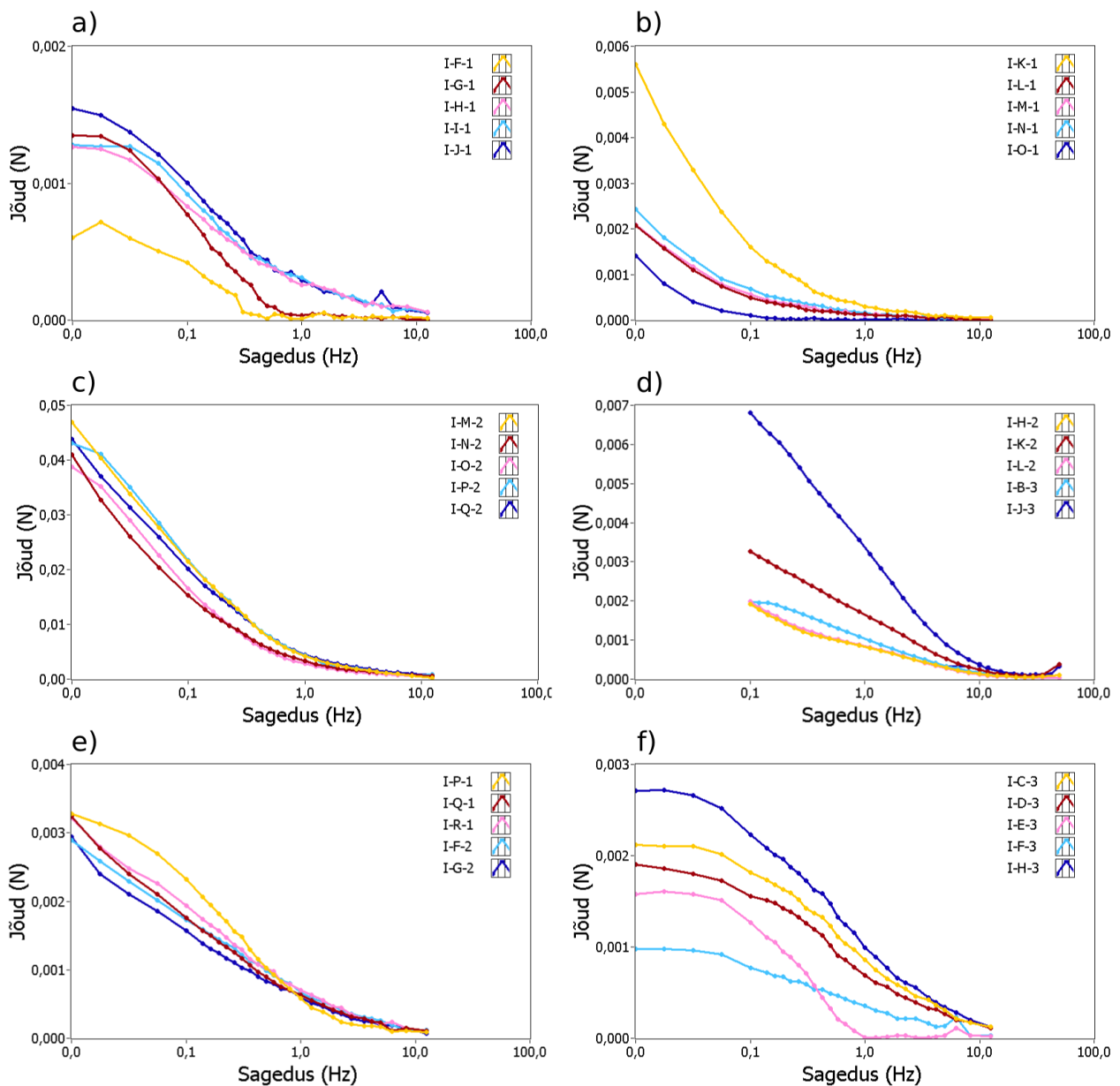
**JOONIS 3.3.** Erinevate täiturite jõuomaduste võrdlus **a)** njuutonites ja **b)** millinjuutonites paksuse kohta (mN/mm). Jõudu mõõdeti 5 mm kauguselt kontaktidest.

**Joonisel 3.4** on kirjeldatud erinevate täiturite liigutust enne töökindluse testimist. Kõige ühtlasemad tulemused saadi kullaga kaetud süsinik-ioonvedelik-Nafion (**b**) ja IPN-PEDOT-EMITFSI (**f**) komposiidiga (I-K-1 on mõõdetud kontaktidele lähemalt, seetõttu on liigutus näiliselt väiksem). Küllaltki sarnaselt liigutavad ka polüpürroolist täiturid (**d** ja **e**), kuigi mõlemal juhul on üks täituritest teistest märgatavalt erinev. Kõige ebaühtlasemate omadustega on CDCPC (**a**) ja Pd-Pt IPMC (**c**) kunstlihased. CDCPC täitureid valmistatakse kuumpressimise teel, mis teeb ühtlase paksusega lihaste valmistamise küllalt keeruliseks, mis võib omakorda olla väga varieeruvate liigutusomaduste põhjuseks. Pd-Pt IPMC täiturite liigutust mõjutab aga palju näiteks solvendi (vesi) aurustumine. Iga kunstlihase liigutus oli siiski piisav, et seda laserkaugusmõõtjaga registreerida. Madalamatel sagedustel oli kõigi täiturite liigutust näha ka silmaga.



**JOONIS 3.4.** Liigutus enne töökindluse testimist: **a)** CDCPC (mõõdetud 16 mm kauguselt kontaktidest); **b)** Au-süsinik-ioonvedelik-Nafion (mõõdetud 16 mm kauguselt, I-K-1 5 mm kauguselt kontaktidest); **c)** Pd-Pt IPMC (mõõdetud 16 mm kauguselt kontaktidest); **d)** PPy 1 (mõõdetud 5 mm kauguselt kontaktidest); **e)** PPy 2 (mõõdetud 5 mm kauguselt kontaktidest); **f)** IPN-PEDOT-EMITFSI (mõõdetud 5 mm kauguselt kontaktidest).

**Joonis 3.5** kirjeldab täiturite jõumadusi erinevatel sagedustel enne töökindluse katseid. Tulemused on kõigi lihaste puhul mõõdetud 5 mm kauguselt kontaktidest. Kõige korratavamate omadustega on Pt-Pd IPMC ja TÜs sünteesitud polüpürroolil põhinevad täitured. Ühtlasi on Pd-Pt IPMC jõumadused teistest suurusjärgu võrra paremad.



**JOONIS 3.5.** Täiturite jõumadused enne töökindluse testimist (kõik mõõdetud 5 mm kauguselt kontaktidest):  
**a)** CDCPC; **b)** Au-süsinik-ionvedelik-Nafion; **c)** Pd-Pt IPMC; **d)** PPy 1; **e)** PPy 2; **f)** IPN-PEDOT-EMITFSI.

### 3.1.1 Erinevate ioonjuhtivate täiturite omaduste võrdlus

Mistahes rakenduse jaoks sobiva täituri valimisel tuleb arvestada vastava rakenduse nõudmistega, sest ükski EAP liik pole veel nii universaalne, et sobiks kasutamiseks igal pool [2]. **Tabelisse 3.2** on koondatud erinevate testitud ioonjuhtivate täiturite omadused.



EAP liik	Eelised	Puudused
CDCPC	kasutamine/hoiustamine õhus, (paksematel jõud)	liigutuse ulatus, kiirus
Au-süsinik-ioonvedelik-Nafion	kasutamine/hoiustamine õhus, kiirem ja liigub rohkem kui eelmine	kullakiht koorub maha, kui kontaktide vahel ära võtta (liigutades ei kooru).
Pd-Pt IPMC	jõud	solvendis
PPy 1	kiirus, liigutus	solvendis
PPy 2	kiirus, liigutus	solvendis
IPN-PEDOT-EMITFSI	õhus, liigutus, kiirus	hapram kui teised

**TABEL 3.2.** Erinevate ioonjuhtivate EAPde võrdlus

## 3.2 Kosmoserakenduste seisukohalt olulistes tingimustes töökindluse testimine

### 3.2.1 Vaakumkatse

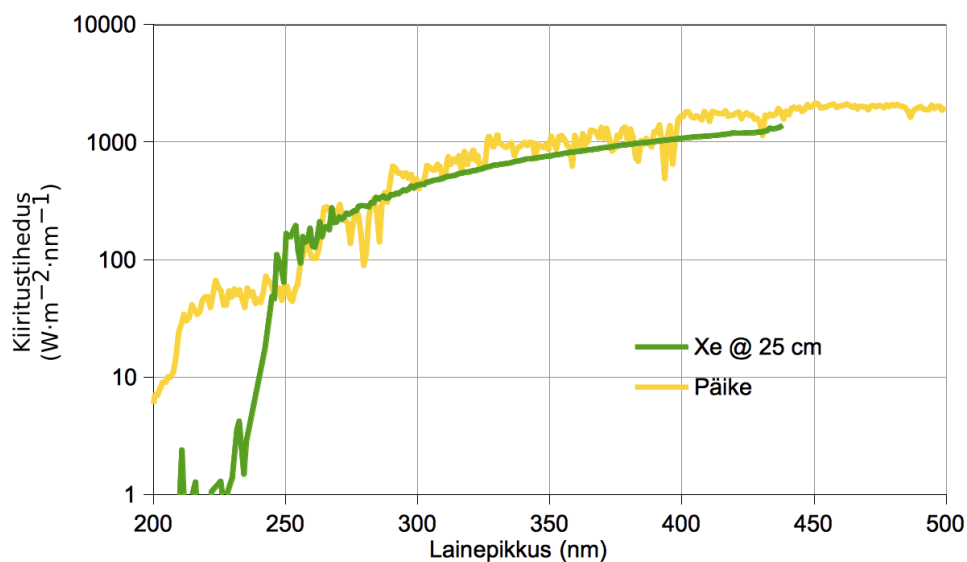
Isegi kaua kosmoses vaakumis töötavatest tahketest materjalidest võib teisi seadmeid saastavaid aineid vabaneda [26], rääkimata siis lenduvatest solventidest. Mehitatud kosmoselendudel on oluline, et vabanevad ained ei oleks toksilised või põhjustaks iiveldust. Vaakumkatseks asetati igat tüüpi aktuaatoritest üks klaasplaadil kuueks päevaks vaakumahju, kus minimaalne rõhk oli 2 mbar. Pärast selle saavutamist lülitati vaakumpump välja. Rõhku jälgiti integreeritud ekraanilt. Vajadusel lülitati vaakumpump uuesti sisse. Katse käigus muutus rõhk vaakumkambris vahemikus 2 kuni 80 mbar. Igat aktuaatorit kaaluti ja testiti enne ja pärast vaakumkatset. Solvendis hoitavaid täiturite liigutust testiti lühidalt ka vahetult pärast katset. Seejärel hoiti neid solvendis, millele järgnes täielik sageduskoste.

### 3.2.2 Temperatuurikatse

Kosmosetehnika temperatuuritundlikkuse testimisel tuleks arvesse võtta antud rakenduse reaalseid töötingimusi. Lisaks ühekordsele ekstreemsele kuumenemisele/jahtumisele on oluline jälgida ka perioodiliste temperatuuri kõikumiste mõju materjalide omadustele. Temperatuurikatse käigus jahutati igat tüüpi aktuaatoritest üks vedela lämmastiku temperatuurile (-196 °C). Katse toimus kahes osas. Kõigepealt külmutati aktuaatoreid ühe korra. Kui täituri olid uuesti toatemperatuurini soojenenud, mõõdeti nende liigutust ning jõuomadusi. Seejärel tehti samade aktuaatoritega tsükleerimise katse, kus aktuaatoreid jahutati vedela lämmastiku temperatuurile ning lasti seejärel toatemperatuurini soojeneda kümme korda.

### 3.2.3 UV-katse

Kui teiste materjalide omadusi halvendada võivate kiirguste puhul on ISO standardis lubatud asendused, siis UV-kiirguse puhul seda ei soovitata. Ultravioletti simuleerimiseks vahemikus 300 nm kuni 400 nm soovitatakse kasutada ksenoonlampi [25]. Testkogumiga tehtud UV esimeses katses asetati igat tüüpi aktuaatoritest üks ksenoonlambist 25 cm kaugusele. 89 tunni järel keerati aktuaatorid ümber. Seejärel mõõdeti lihaste liigutust ning jõuomadusi. UV katse teises osas asetati aktuaatorid ksenoonlambile lähemale (12,5 cm) ning kiiritati mõlemalt poolt 74 tundi ja 20 minutit. Seejärel mõõdeti lihaste liigutust ning jõuomadusi uuesti. Katse ajal mõõdeti temperatuuri täiturite pinnal WENS 20T multimeetriga (temperatuur I-B-3 polüüpürroolist täituri pinnal 45 °C; I-N-1 Au-süsinikioonvedelik-Nafion täituri tagumisel pinnal 37 °C). **Joonisel 3.6** on võrreldud kasutatud ksenoonlambi kiiritustihedust päikese omaga UV-alas.



**JOONIS 3.6.** Kasutatud ksenoonlambi ja päikese kiiritustihedus UV-alas.

### 3.2.4 Röntgenkatse

Röntgenkiirguse katse tehti TÜ Molekulaar- ja Rakubioloogia instituudi röntgenkiiritajaga (Initios Medical AB Faxitron RX-650). Katse toimus samuti kahes osas. Kõigepealt kiiritati igat tüüpi täituritest ühte 139,5 R/min 110 kVp tingimustes 60 minutit. Seejärel pandi täiturid neile sobivasse keskkonda (solventi, kui vaja) ning mõne aja pärast testiti erinevatel sagedustel nende liigutust ning jõuomadusi. Röntgenkatse teises osas kiiritati lihaseid uuesti samades tingimustes 120 minutit, millele järgnes liigutuse ja jõuomaduste testimine.

## 4. Tulemused, analüüs ja järeldused

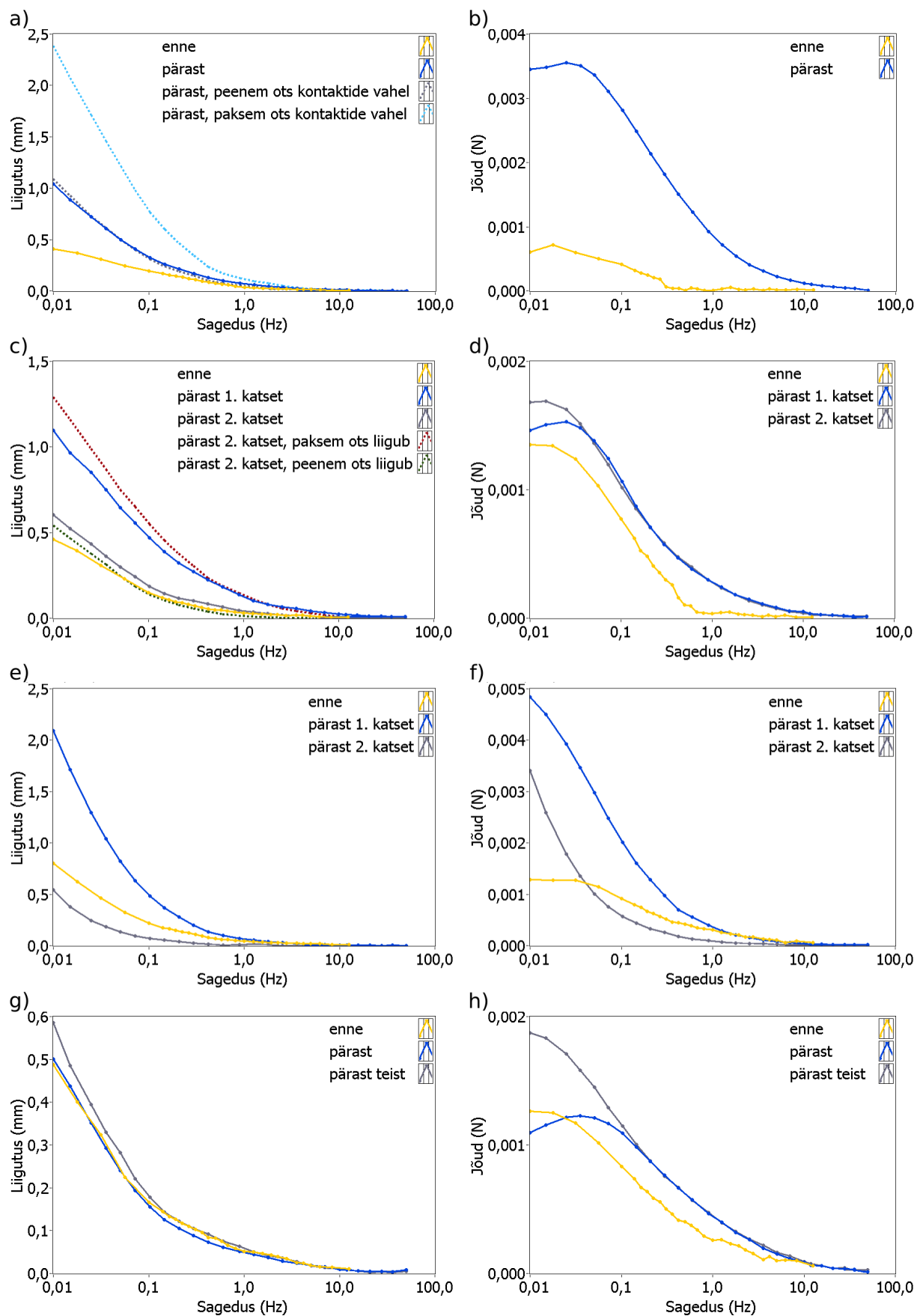
Käesoleva magistritöö viimases peatükis antakse ülevaade täituritega tehtud töökindluse katsete tulemustest. Tegemist on testkogumiga, kus igat tüüpi lihastest läbis üks täitur ühe neljast töökindluse katsest (vaakum, külmutamine, UV, röntgen). Siin kirjeldatud efektide kinnitamiseks on vajalik ülejäänud EAP4SPACE täiturite testimine. Testkogumil on suunda näitav ülesanne.

### 4.1 Süsinik-ioonvedelik-polümeer komposiit (CDCPC)

**Joonisel 4.1** on kujutatud süsinik-ioonvedelik-polümeer komposiitmaterjaliga tehtud katsete tulemused. Nimetatud täiturite liigutus kuuepäevase vakumeerimise toimet hoopis paraneb. See efekt on tõenäoliselt seotud täituri valmistamisprotsessis kasutatud solvendijääkide eemaldamisega materjalist. Kuna EAP4SPACE projekti jaoks valmistati CDCPC komposiitmaterjali kihte suuremates vormides, siis pole solventid ilmselt täielikult aurustunud. Parima liigutuse saamiseks on oluline elektroodid ja membraan juba enne kuumpressimist täielikult kuivatada.

Teiseks näib CDCPC täiturite korral liigutust mõjutavat see, milline ots on pandud kontaktide vahele ning milline liigub. Efekt on ilmselt tingitud kuumpressitud täituri ebaühtlasest paksusest (isegi kuni 10% erinevus piki lihast) või siis elektroodi juhtivuse erinevustest. Selleks et projekti ülejäänud lihaseid saaks alati samast otsast mõõta, lõigati neil märgistuseks maha üks nurk. Vastasel juhul võib näida, nagu oleks täituri liigutus paranenud/halvenenud, kuigi tegelikult mõõdetakse erinevast otsast (nagu näiteks testkogumi külmutamise või UV-katse korral).

**JOONIS 4.1.** Töökindluse testimine süsinik-ioonvedelik-polümeer komposiidiga (CDCPC): **a)** ja **b)** vaakumkatse; **c)** ja **d)** külmutamine; **e)** ja **f)** UV-katse; **g)** ja **h)** röntgenkatse. Liigutus (vasak tulp) mõõdetud 16 mm, jõud (parem tulp) 5 mm kauguselt kontaktidest.



## 4.2 Kullaga kaetud süsinik-ioonvedelik-Nafion komposiit

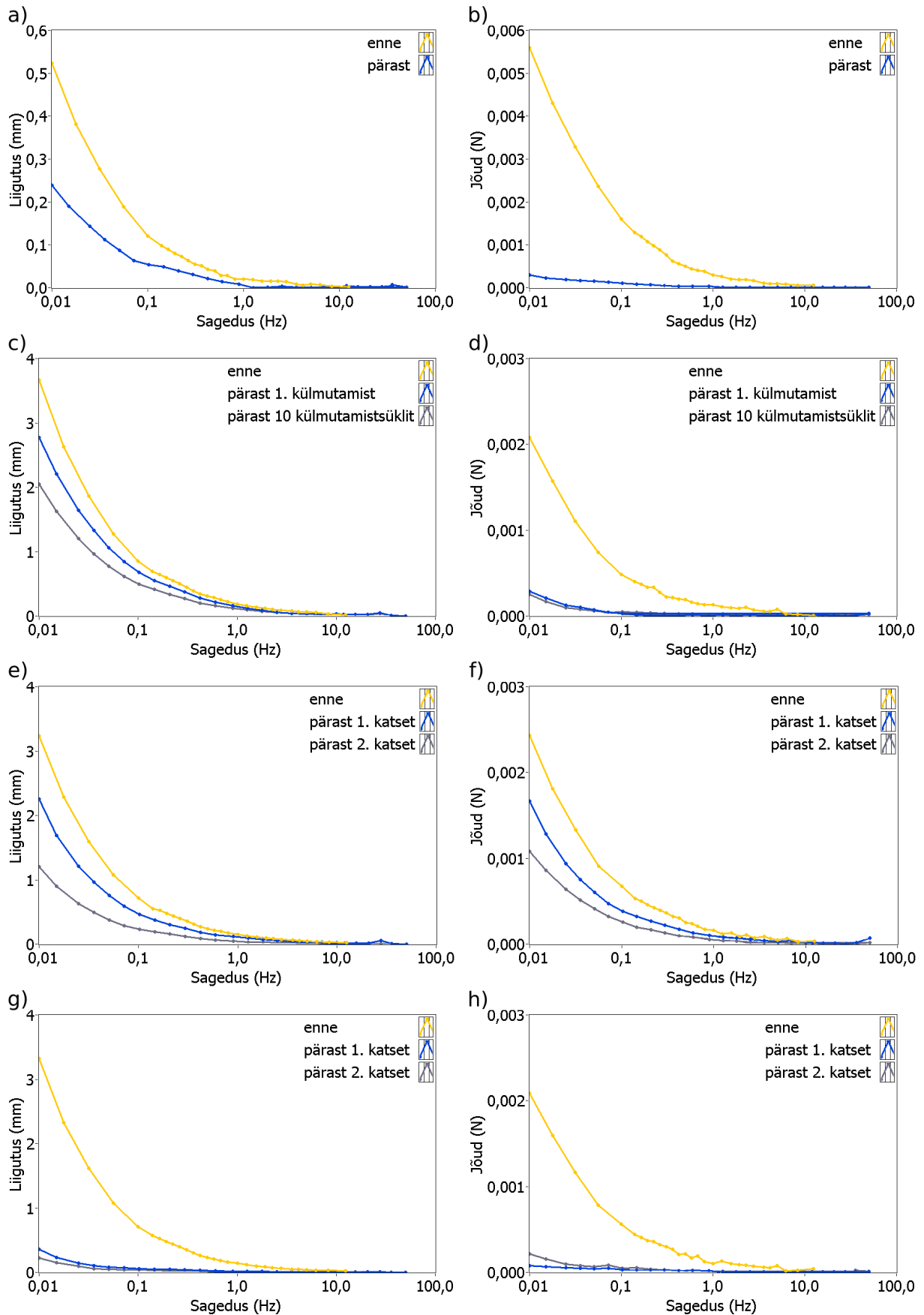
Kullaga kaetud süsinik-ioonvedelik-Nafion komposiidiga tehtud töökindluse katsete tulemusi on kirjeldatud **joonisel 4.2**. Seda tüüpi täiturite liigutus vähenes erineval määral kõigi katsete käigus. Oli näha, et pärast katseid oli pragusid elektroode katvasse kullakihti juurde tekkinud, mis omakorda vähendas selle juhtivust ja avaldas negatiivset mõju täituri liigutusele. Kõige rohkem põhjustas kullakihi delamineerumist röntgenkatse. Täiturite testimise käigus märgati ka, et lihast kontaktide vahelt ära võttes eraldub tihti ka osa kullast. Isegi kui see peaks juhtuma, tuleb täiturit uuesti kontaktide vahele pannes veenduda, et need oleks vähemalt osaliselt elektrodikihte katva kulla peal. Kulla all oleva süsinikkihi juhtivus on oluliselt väiksem.

## 4.3 Pd-Pt ionopolümeer-metall komposiit (IPMC)

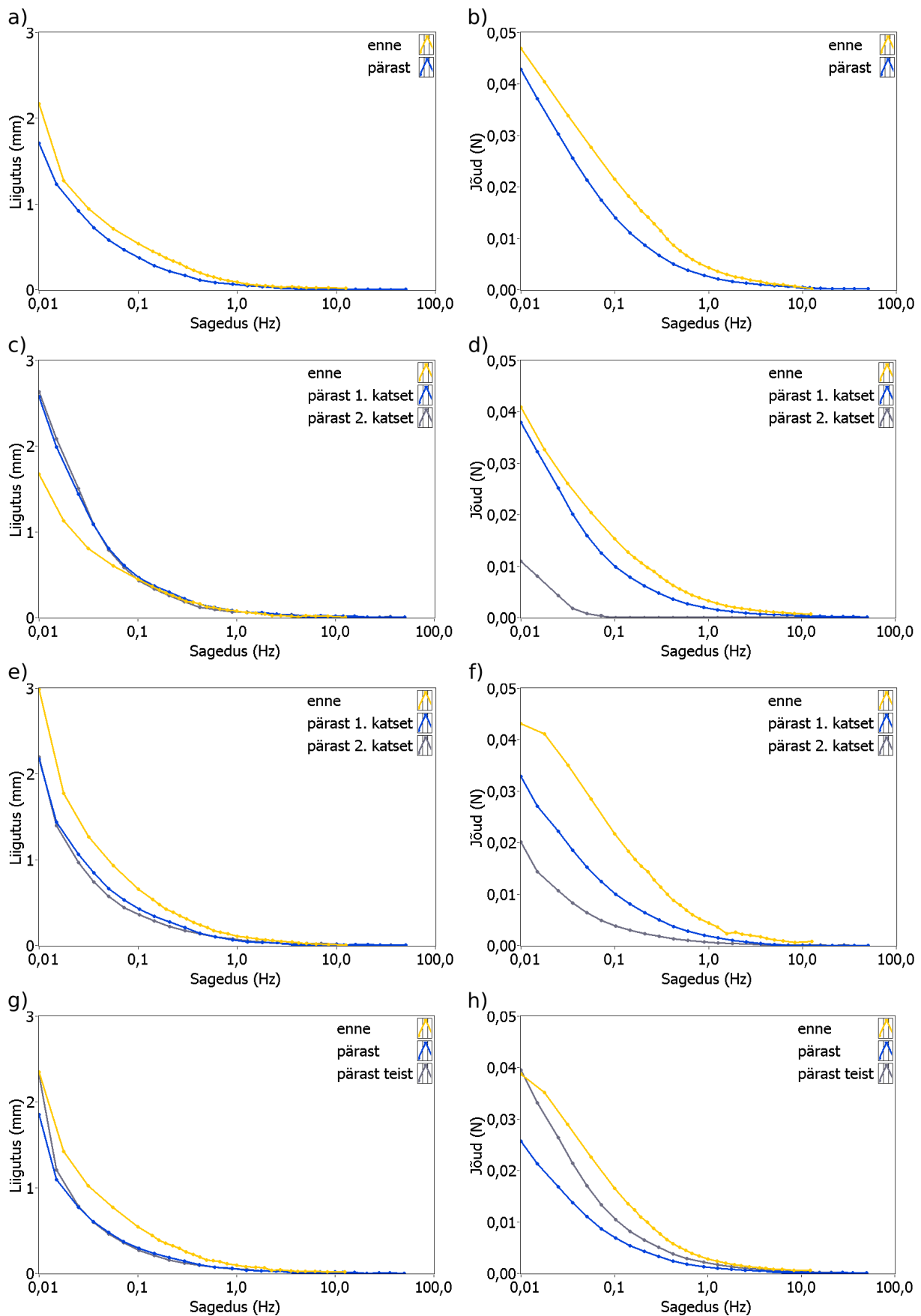
Erinevad katsed mõjutasid Pd-Pt ionopolümeer-metall komposiidi (**joonis 4.3**) omadusi suhteliselt vähe. Mõningat liigutuse vähenemist on märgata pärast UV- ja röntgenkiirgusega kiiritamist. Nende mõju on siiski väike. Tugevad väärismetallist elektrodid näivad kaitsvat materjali sisemust erinevate kiirguste ning temperatuuri mõjude eest. Kui vahetult pärast erinevaid teste oli täitur täiesti kuivanud ning ei liigutanud, taastusid selle omadused pärast solvendis seismist.

Bimetalliliste elektrodidega IPMC komposiitmaterjali testides tuleks meeles pidada, et need on teistega võrreldes oluliselt paksemad. Nende täiturite jõuanduri vahele asetamine oli teistega võrreldes aeganõudvam ning automatiseeritud mõõtmisüsteemi korral võib täiturite paksus probleeme tekitada. Lisaks on seda tüüpi täituriid teistest suurusjärgu võrra paremate jõuomadustega. Pd-Pt IPMC aktuaatoris kuivavad katse ajal õhu käes võrdlemisi kiiresti ning tihti jäävad paindesse (st liigutus/jõud ühele poole suurem kui teisele). Täiturite omadused taastuvad vees hoidmisega.

**JOONIS 4.2.** Töökindluse testimine kullaga kaetud süsinik-ioonvedelik-Nafion komposiidiga: **a)** ja **b)** vaakumkatse; **c)** ja **d)** külmutamine; **e)** ja **f)** UV-katse; **g)** ja **h)** röntgenkatse. Vaakumkatses liigutus (vasak tulp) mõõdetud 5 mm, teistel juhtudel 16 mm, jõud (parem tulp) alati 5 mm kauguselt kontaktidest.



**JOONIS 4.3.** Töökindluse testimine Pd-Ptioonpolümeer-metall komposiidiga (IPMC): **a)** ja **b)** vaakumkatse; **c)** ja **d)** külmutamine; **e)** ja **f)** UV-katse; **g)** ja **h)** röntgenkatse. Liigutus (vasak tulp) mõõdetud 16 mm, jõud (parem tulp) 5 mm kauguselt kontaktidest.



## 4.4 PPy 1

Austraalia Wollongongi ülikoolis sünteesitud täitureid ei ole võimalik 5 mm X 20 mm konfiguratsioonis mõõta madalamatel sagedustel kui 0,1 Hz, sest need keeravad täielikult spiraali. Lisaks tuleks enne testimist veenduda, et täiturid oleks täiesti lamedad (esineb piki lihast rulli või spiraali keerdumist, mis raskendab liigutuse mõõtmist nii videost kui laserkaugusmõõtmisega). Vajadusel võib seda tüüpi täiturit siluda kahe klaasplaadi vahel. Selleks asetatakse lihas alusele, lisatakse pipetiga mõned tilgad LiTFSI/PC lahust ning pannakse peale teine klaasplaat. Solvendi aurustumise vältimiseks mähitakse plaadid parafilmi ja jäetakse paariks päevaks seisma.

Need polüürroolist täiturid (**Joonis 4.4**) näitavad head vastupidavust vaakumkatses ning külmutamisel. Kuigi seda tüüpi lihaseid peab hoidma solvendis, taastub nende liikumisvõime pärast kuuepäevast vakumeerimist. Nii UV- kui ka röntgenkiirituse järel lõpetasid seda tüüpi täiturid liigutamise pärast teist tsüklit. Mõlemal juhul esimene kiiritusdoos lihastele mõju ei avaldanud.

## 4.5 PPy 2

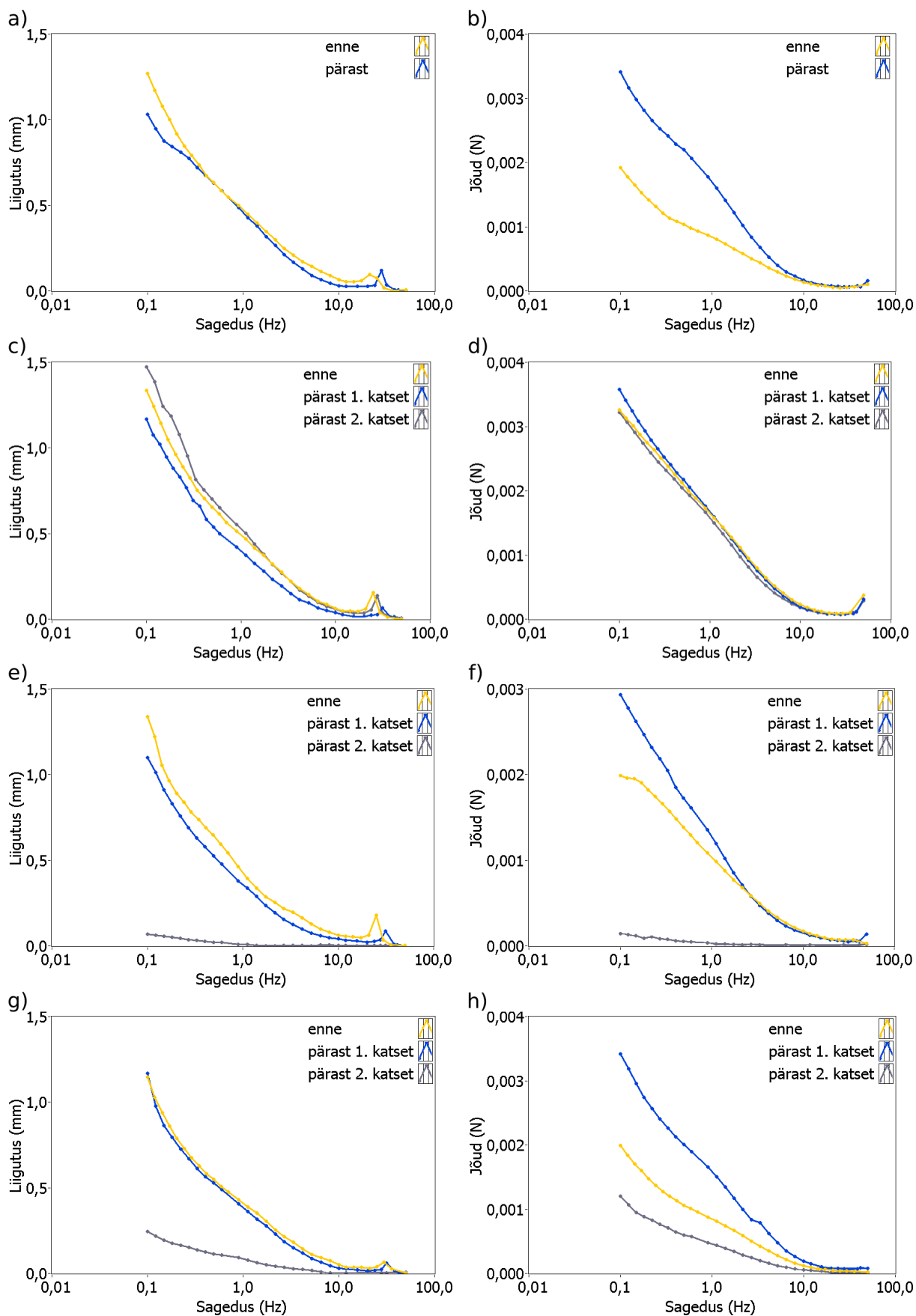
IMS laboris sünteesitud polüürroolist täiturite korral (**Joonis 4.5**) on märgata liigutuse vähenemist pärast kuuepäevast vakumeerimist, olgugi et pärast katset lasti täituril sobivas solvendis taastuda. Külmutamine ei näi seda tüüpi täituritele mõju avaldavat. Mõnevõrra üllatavad võrreldes esimest tüüpi polüürroolist täituritega on kiirituskatsete tulemused. Ei UV- ega röntgenkiirguse toimet ei lakka need polüürroolist täiturid töötamast. IMS laboris sünteesitud polüürroolist täiturite liigutust on võimalik mõõta ka madalamatel sagedustel. Samuti esineb vähem piki lihast rulli või spiraali keerdumist hoiustamise ajal.

## 4.6 IPN-PEDOT-EMITFSI komposiit

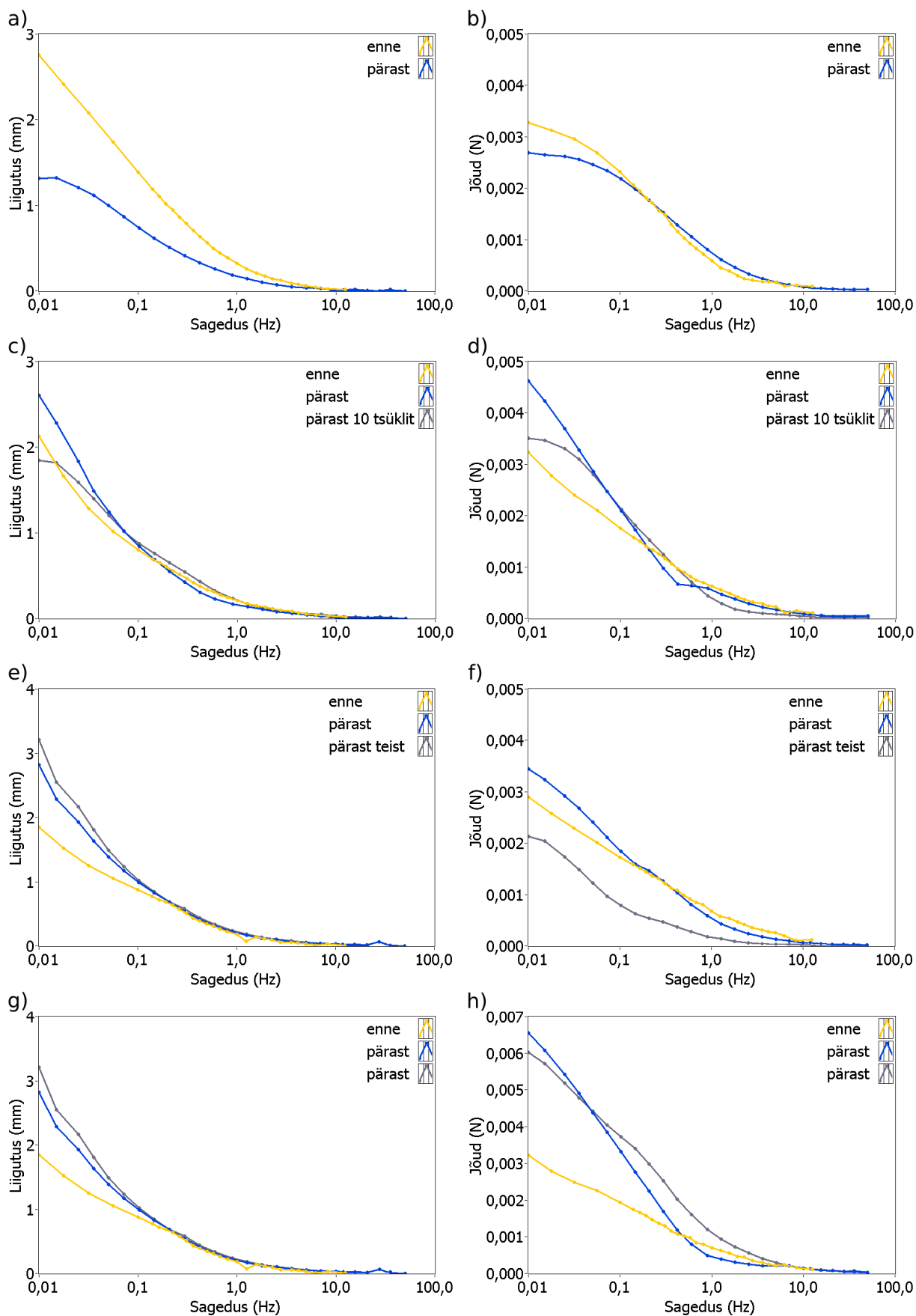
**Joonisel 4.6** on kujutatud töökindluse katsete tulemusi IPN-PEDOT-EMITFSI komposiidiga. Nagu õhu käes töötavast ioonvedelikku kasutavast täiturist oodata võiks, ei mõjuta kuuepäevane vakumeerimine oluliselt selle liigutust. On märgata vähest liigutuse vähenemist pärast külmutamist, mis võib olla tingitud elektroodi pragunemisest ning selle juhtivuse vähenemisest. Mõlemad kiirituskatsed näivad seda tüüpi täituritele halvasti mõjuvat. Lihase elektroodi ilmusid silmaga nähtavad praod ning UV-katse järel murdus täitur pooleks.



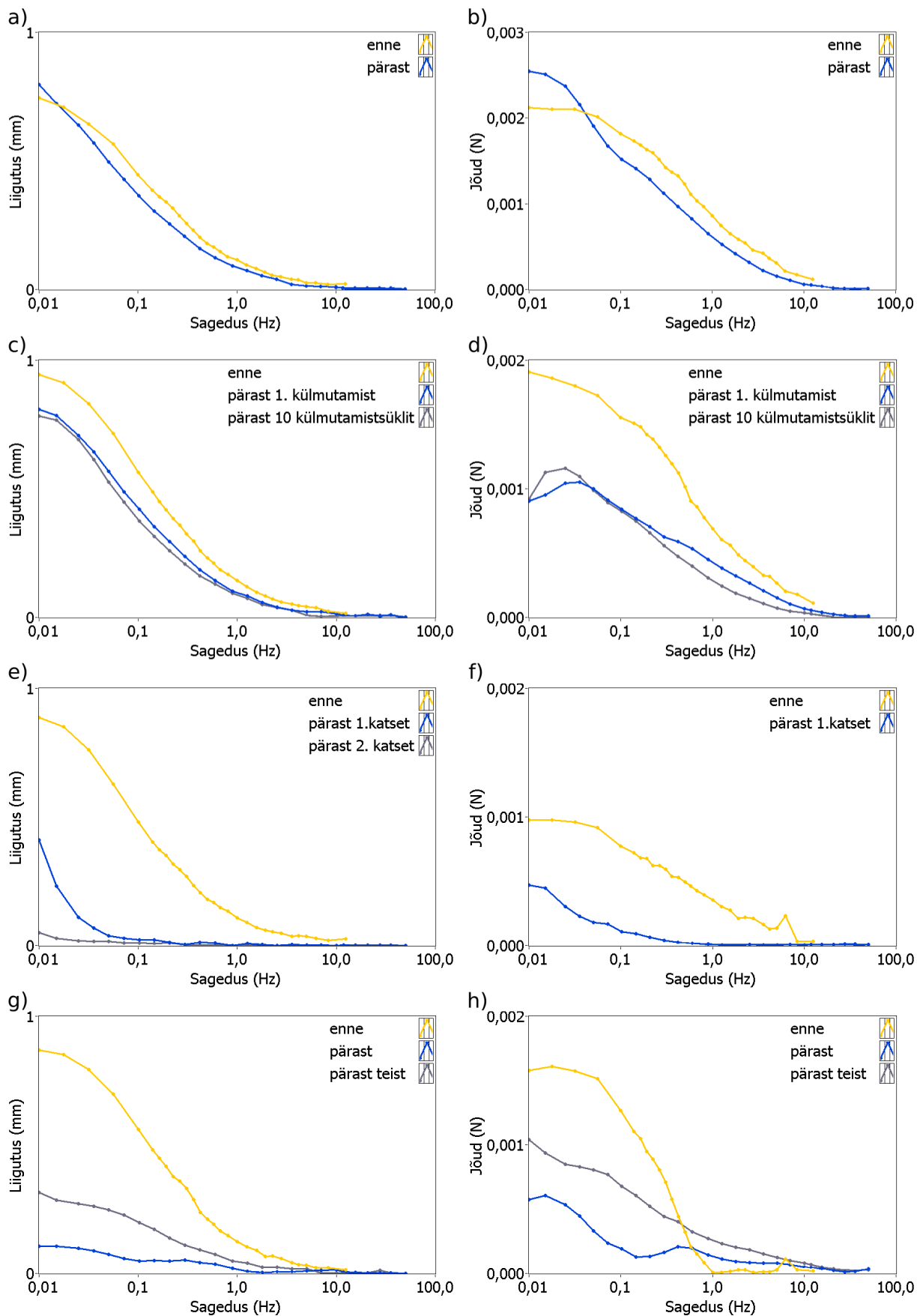
**JOONIS 4.4.** Töökindluse testimine Austraalia Wollongongi ülikooli polümeerilist täituritega: **a)** ja **b)** vaakumkatse; **c)** ja **d)** külmutamine; **e)** ja **f)** UV-katse; **g)** ja **h)** röntgenkatse. Liigutus (vasak tulp) ja jõud (parem tulp) mõõdetud 5 mm kauguselt kontaktidest.



**JOONIS 4.5.** Töökindluse testimine TÜ IMS laboris sünteesitud polüpürroolist täituritega: **a)** ja **b)** vaakumkatse; **c)** ja **d)** külmutamine; **e)** ja **f)** UV-katse; **g)** ja **h)** röntgenkatse. Liigutus (vasak tulp) ja jõud (parem tulp) mõõdetud 5 mm kauguselt kontaktidest.



**JOONIS 4.6.** Töökindluse testimine IPN-PEDOT-EMITFSI komposiidiga: **a)** ja **b)** vaakumkatse; **c)** ja **d)** külmutamine; **e)** ja **f)** UV-katse (täitur murdus lõpus pooleks); **g)** ja **h)** röntgenkatse. Liigutus (vasak tulp) ja jõud (parem tulp) mõõdetud 5 mm kauguselt kontaktidest.



## 5. Kokkuvõte

Selle magistritöö raames testiti erinevate ioonselt elektroaktiivsete polümeersete materjalide liigutus- ja jõuomadusi ning kiirguse ja temperatuuri mõju neile. Töös kirjeldatud tehislühased kuuluvad projekti "*Radiation and temperature induced damage of ionic electroactive polymer materials for MEMS devices in space* (EAP4SPACE)" testkogumisse. Töö eesmärgiks oli erinevateioonjuhtivate täiturite eripäradest ülevaate saamine; nende liigutuse ja jõuomaduste mõõtmine ning sellega seotud väljakutsete tuvastamine neile lahenduste leidmine ning töökindluse testimiseks vajalike seadmetega tutvumine ja võimalike temperatuurist, vaakumist ja kiiritusest tulenevate efektide väljaselgitamine.

Magistritöö esimeses osas tehti kirjanduse ülevaade erinevatest testimiseks kasutatud ioonjuhtivatest täituriest: Pd-Pt ioonpolümeer-metall, süsinik-ioonvedelik-polümeer ja Au-süsinik-ioonvedelik-Nafion komposiitidest ning juhtivate polümeeridega (PPy ja PEDOT) kunstlihastest. Lisaks kirjeldati kosmose tingimuste simuleerimist materjalide töökindluse testimiseks. Töö teises osas kirjeldati täiturite jõu ja liigutuse mõõtmise metoodikat ning kosmoserakenduste seisukohalt olulistes tingimustes töökindluse testimise vahendeid ja katseid. Magistritöö kolmandas osas anti ülevaade ja analüüsi testkogumisse kuuluvate täituritega tehtud vaakumkatse, külmutamise ja UV- ning röntgenkiirituse tulemusi. Lisaks toodi välja erinevatele lihaste kasutamisega seotud praktilisi aspekte.

Ioonjuhtivate täiturite kosmosekindluse kohta lõplike järelduste tegemiseks on vaja testida EAP4SPACE projekti ülejäänud aktuaatoreid. Hindamaks täiturite sobivust mõne konkreetse kosmoserakenduse jaoks, on vaja neid testida reaalsele võimalikult lähedastes ning vastava rakenduse jaoks olulistes tingimustes. Maa peal pole aga võimalik üks ühele simuleerida kosmoses olevaid tingimusi ning nende mõjusid materjalide omadustele. Siiski annavad ka taolised töökindluse katsed olulist informatsiooni materjalide sobivuse kohta kosmoserakendustesse ning on eelduseks tulevastele ja keerukamatele eksperimentidele.

Soovin tänada oma juhendajaid, Indrek Musta abi eest mõõtekompleksiga töötamisel, Veiko Vunderit UV- ja Martin Pooki röntgenkatse läbiviimise eest.

## 6. Kasutatud kirjandus

- [1] John D. W. Madden, N. A. Vandesteeg, P. A. Anquetil, P. G. A. Madden, Arash Takshi, R. Z. Pytel, S. R. Lafontaine, P. A. Wieringa, and I. W. Hunter. Artificial Muscle Technology: Physical Principles and Naval Prospects. *IEEE Journal of Oceanic Engineering*, 29(3):706–728, July 2004.
- [2] Federico Carpi and Elisabeth Smela. *Biomedical Applications of Electroactive Polymer Actuators*. John Wiley & Sons, Ltd, Chichester, UK, April 2009.
- [3] Mohsen Shahinpoor and Kwang J. Kim. Ionic polymer-metal composites: I. Fundamentals. *Smart Materials and Structures*, 10(4):819–833, August 2001.
- [4] Mohsen Shahinpoor, Yoseph Bar-Cohen, J O Simpson, and J Smith. Ionic polymer-metal composites (IPMCs) as biomimetic sensors, actuators and artificial muscles - a review. *Smart Materials and Structures*, 7(6):R15–R30, December 1998.
- [5] Viljar Palmre, Sung Jun Kim, and Kwang J. Kim. Millimeter thick ionic polymer membrane-based IPMCs with bimetallic Pd-Pt electrodes. *Polymer*, 7976:797615–797615–9, 2011.
- [6] Sang-Mun Kim and Kwang J. Kim. Palladium buffer-layered high performance ionic polymer–metal composites. *Smart Materials and Structures*, 17(3):035011, June 2008.
- [7] Friedrich Kaasik. Süsinik-ioonvedelik-polümeer komposiitmaterjalist täiturite valmistamine. Bakalaureusetöö. 2009.
- [8] Janno Torop, Viljar Palmre, Mati Arulepp, Takushi Sugino, Kinji Asaka, and Alvo Aabloo. Flexible supercapacitor-like actuator with carbide-derived carbon electrodes. *Carbon*, 49(9):3113–3119, August 2011.
- [9] Pille Rinne. Elektromehaanilistel täituriatel põhineva peristaltilise pumba valmistamine. Bakalaureusetöö. 2010.
- [10] Janno Torop, Takushi Sugino, Kinji Asaka, Alar Jänes, Enn Lust, and Alvo Aabloo. Nanoporous carbide-derived carbon based actuators modified with gold foil: Prospect for fast response and low voltage applications. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 161(1):629–634, January 2012.
- [11] Viljar Palmre. IPMC aktuaatorite valmistamine otsesel koostemeetodil ja nende iseloomustamine. Magistritöö. 2008.

- [12] Gursel Alici, Valerie Devaud, Philippe Renaud, and Geoff Spinks. Conducting polymer microactuators operating in air. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 19(2):025017, February 2009.
- [13] Y. Wu, G. Alici, G.M. Spinks, and G.G. Wallace. Fast trilayer polypyrrole bending actuators for high speed applications. *Synthetic Metals*, 156(16-17):1017–1022, August 2006.
- [14] Rauno Temmer, Indrek Must, Friedrich Kaasik, Alvo Aabloo, and Tarmo Tamm. Combined chemical and electrochemical synthesis methods for metal-free polypyrrole actuators. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 166-167:411–418, March 2012.
- [15] Leslie H. Sperling. Interpenetrating Polymer Networks: An Overview. In D. Klemperer, L. H. Sperling, and L. A. Utracki, editors, *Interpenetrating Polymer Networks*, volume 239 of *Advances in Chemistry*, chapter 1, pages 3–38. American Chemical Society, Washington, DC, May 1994.
- [16] Frédéric Vidal, Cédric Plesse, Guillaume Palaprat, Jonathan Juger, Johann Citerin, Abderrahmane Kheddar, Claude Chevrot, and Dominique Teyssié. Synthesis and Characterization of IPNs for Electrochemical Actuators. *Advances in Science and Technology*, 61:8–17, 2008.
- [17] Frédéric Vidal, Cédric Plesse, Dominique Teyssié, and Claude Chevrot. Long-life air working conducting semi-IPN/ionic liquid based actuator. *Synthetic Metals*, 142(1-3):287–291, April 2004.
- [18] Cédric Plesse, Frédéric Vidal, Hyacinthe Randriamahazaka, Dominique Teyssié, and Claude Chevrot. Synthesis and characterization of conducting interpenetrating polymer networks for new actuators. *Polymer*, 46(18):7771–7778, August 2005.
- [19] Laurent J. Goujon, Alexandre Khaldi, Ali Maziz, Cédric Plesse, Giao T. M. Nguyen, Pierre-Henri Aubert, Frédéric Vidal, Claude Chevrot, and Dominique Teyssié. Flexible Solid Polymer Electrolytes Based on Nitrile Butadiene Rubber/Poly(ethylene oxide) Interpenetrating Polymer Networks Containing Either LiTFSI or EMITFSI. *Macromolecules*, 44(24):9683–9691, December 2011.
- [20] Cédric Plesse, Alexandre Khaldi, Q. Wang, E. Cattan, D. Teyssié, C. Chevrot, and Frédéric Vidal. Polyethylene oxide–polytetrahydrofurane–PEDOT conducting interpenetrating polymer networks for high speed actuators. *Smart Materials and Structures*, 20(12):124002, December 2011.
- [21] Y. Bar-Cohen. Electroactive polymers (EAP) as actuators for potential future planetary mechanisms. *Proceedings. 2004 NASA/DoD Conference on Evolvable Hardware, 2004.*, pages 309–317.
- [22] Vladimir E. Skurat. Polymers in Space. In *Encyclopedia of Aerospace Engineering*. John Wiley & Sons, Ltd, 2010.

- [23] Alan R. Chambers. Materials in Space: An Introduction and Overview. In *Encyclopedia of Aerospace Engineering*. John Wiley & Sons, Ltd, 2010.
- [24] Adrian P. Tighe. Space Environment Simulation and Materials Testing. In *Encyclopedia of Aerospace Engineering*. John Wiley & Sons, Ltd, 2010.
- [25] Space systems — Space environment — Simulation guidelines for radiation exposure of non-metallic materials. ISO 15856:2010, 2010.
- [26] European Space Agency - Materials and Components Laboratories (27.05.2012)  
[http://www.esa.int/esaMI/Space\\_Engineering/SEMYU0P0WF\\_0.html](http://www.esa.int/esaMI/Space_Engineering/SEMYU0P0WF_0.html).

# **7. Radiation and temperature induced damage of ionic electroactive polymer materials: testset characterisation and procedure development**

Pille RINNE

## **Summary**

The purpose of this thesis is to develop a procedure and characterise a testset for determining radiation and temperature induced damage of ionic electroactive polymer materials. The testset is part of the "Radiation and temperature induced damage of ionic electroactive polymer materials for MEMS devices in space (EAP4SPACE)" project that aims to evaluate the performance of these novel materials in simulated space conditions. The purpose of the work is to give an overview of the properties of different ionic electroactive actuators; identify and find solutions for possible challenges related to characterising these; and to find and test facilities for simulated space conditions experiments.

The thesis is divided into three main parts: overview, experimental, and results and discussion. In the first part, a literature overview of EAP materials in general and of each of the used actuator types is given. The testset consisted of 6 different kinds of ionic EAP actuators, three of which (cdc-polymer-IL and Au-carbon-IL-Nafion composites and one of the polypyrrole based actuators) were synthesised in the UT Intelligent Materials and Systems Laboratory. Three remaining actuators were obtained from our partners in the University of Nevada (Pd-Pt IPMC), University of Cergy-Pontoise in France (IPN-PEDOT-EMITFSI composite) and University of Wollongong in Australia (polypyrrole based actuator).

The second and third part of this thesis is dedicated to the experiments, testset characterisation and procedure development, and analysis. First the strain and force of each of the actuators is measured and the properties of different actuators are compared. For simulating space conditions and determining related radiation and temperature induced damages to EAP materials four types of experiments were used: outgassing (vacuum), thermal (cycling) experiments, UV- and X-ray radiation. The experiments and their effects on the testset actuators is described in detail.